



500.42852X00

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant(s): FUKUDA, et al

Serial No.: 10/603,720

Filed: June 26, 2003

Title: MICROFABRICATION APPARATUS AND MICROFABRICATION
METHOD

LETTER CLAIMING RIGHT OF PRIORITY

Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

October 3, 2003

Sir:

Under the provisions of 35 USC 119 and 37 CFR 1.55, the applicant(s) hereby
claim(s) the right of priority based on:

Japanese Patent Application No. 2003-006505
Filed: January 15, 2003

A certified copy of said Japanese Patent Application is attached.

Respectfully submitted,

ANTONELLI, TERRY, STOUT & KRAUS, LLP

Melvin Kraus
Registration No. 22,466

MK/rp
Attachment

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 3 年 1 月 1 5 日
Date of Application:

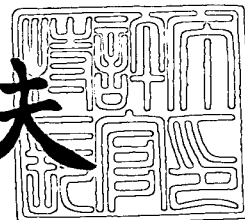
出 願 番 号 特 願 2 0 0 3 - 0 0 6 5 0 5
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 0 0 6 5 0 5]

出 願 人 株式会社日立ハイテクノロジーズ
Applicant(s):

2 0 0 3 年 9 月 1 1 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 3 - 3 0 7 4 6 8 2

【書類名】 特許願

【整理番号】 H02014381A

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 H01L 21/66

【発明者】

【住所又は居所】 東京都国分寺市東恋ヶ窪一丁目 2 8 0 番地 株式会社日立製作所中央研究所内

【氏名】 福田 宗行

【発明者】

【住所又は居所】 東京都国分寺市東恋ヶ窪一丁目 2 8 0 番地 株式会社日立製作所中央研究所内

【氏名】 富松 聡

【発明者】

【住所又は居所】 東京都国分寺市東恋ヶ窪一丁目 2 8 0 番地 株式会社日立製作所中央研究所内

【氏名】 志知 広康

【発明者】

【住所又は居所】 東京都国分寺市東恋ヶ窪一丁目 2 8 0 番地 株式会社日立製作所中央研究所内

【氏名】 渡辺 修

【特許出願人】

【識別番号】 501387839

【氏名又は名称】 株式会社 日立ハイテクノロジーズ

【代理人】

【識別番号】 100075096

【弁理士】

【氏名又は名称】 作田 康夫

【電話番号】 03-3212-1111

【提出物件の目録】**【物件名】** 明細書 1**【物件名】** 図面 1**【物件名】** 要約書 1**【プルーフの要否】** 要

【書類名】 明細書**【発明の名称】 試料作製装置と試料作製方法****【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

荷電粒子銃と、前記荷電粒子銃から放出する荷電粒子線を集束するレンズと、偏向器と、該荷電粒子線を試料に照射して該試料からの 2 次粒子を検出するための検出器と、該試料を保持する試料台と、該試料台の位置を制御する試料位置制御装置と、先端に微細線を接続されるべきメカニカルプローブと、先端及び根元を除いた中央部の任意の 3 点で、断面の平均面積が $1 \text{ nm}^2 \sim 100 \mu\text{m}^2$ であつ、該中央部の長さが該断面の最短径の $20 \sim 300$ 倍である該微細線を含むことを特徴とする試料作製装置。

【請求項 2】

請求項 1 記載の試料作製装置において、該中央部の任意の 3 点で、太さの平均値が $1 \sim 10 \mu\text{m}$ であつ、該中央部の長さが $50 \sim 300 \mu\text{m}$ である該微細線を含むことを特徴とする試料作製装置

【請求項 3】

請求項 1 記載の試料作製装置において、該中央部の任意の 3 点で、太さの平均値が $1 \text{ nm} \sim 10 \mu\text{m}$ であつ、該中央部の長さが該太さの $20 \sim 300$ 倍である該微細線を有することを特徴とする試料作製装置。

【請求項 4】

該微細線の材料はタングステン、モリブデン、ベリリウム、ニッケル、タンタル、パラジウム、オスミウムから少なくとも 1 種類を有することを特徴とする請求項 1 に記載の試料作製装置。

【請求項 5】

荷電粒子銃と、前記荷電粒子銃から放出する荷電粒子線を集束するレンズと、偏向器と、該荷電粒子線を試料に照射して該試料からの 2 次粒子を検出するための検出器と、該試料を保持する試料台と、該試料台の位置を制御する試料位置制御装置と、微細線を先端に有するメカニカルプローブとを有し、

以下の工程を有することを特徴とする試料作製方法。

- (a) 該微細線の先端と試料 1 を接触する。
- (b) 該微細線の先端と該試料 1 を固定する。
- (c) 該微細線と共に該試料 1 を移動する。
- (d) 固定部分近傍の該微細線の根元側で切断して、該微細線と該試料 1 を分離する。
- (e) 切断後の該微細線の先端を試料 2 に接触する。
- (f) 該微細線の先端と該試料 2 を固定する。
- (g) 該微細線と共に該試料 2 を移動する。
- (h) 固定部分近傍の該微細線の付け根で切断して、該微細線と該試料 2 を分離する。
- (i) e～hのステップを繰り返す。

【請求項 6】

請求項 5 において、前記(a)～(h)の工程を複数回繰り返すことにより、前記試料を10個以上、25個以上又は50個以上のいずれかを摘出することを特徴とする試料作製方法。

【請求項 7】

請求項 5 において、該微細線の先端及び根元を除いた中央部の任意の 3 点で、断面の平均面積が $1 \text{ nm}^2 \sim 100 \mu\text{m}^2$ であつ、該中央部の長さが該断面の最短径の 20～300 倍である該微細線を用いることを特徴とする試料作製方法。

【請求項 8】

請求項 5 において、該微細線の先端及び根元を除いた中央部の任意の 3 点で、太さの平均値が $1 \sim 10 \mu\text{m}$ であつ、中央部の長さが $50 \sim 300 \mu\text{m}$ である該微細線を用いることを特徴とする試料作製方法

【請求項 9】

請求項 5 において、該微細線の先端及び根元を除いた中央部の任意の 3 点で、太さの平均値が $1 \text{ nm} \sim 10 \mu\text{m}$ であつ、該中央部の長さが該太さの 20～300 倍である該微細線を用いることを特徴とする試料作製方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、荷電粒子線を試料に照射して、試料を観察、分析、加工する荷電粒子線装置に係り、特にメカニカルプローブを用いて試料作製する試料作製装置及び、プローブ制御方法に関する。

【0002】**【従来の技術】**

荷電粒子線を試料に照射して、試料の観察、分析、加工を行う荷電粒子線装置は科学、工学の分野で広く使用されている。近年では、荷電粒子線装置にメカニカルプローブ(以下プローブ)を導入して、試料の電気的特性測定、試料作製などが一般に行われている。例えば、集束イオンビームとマイクロマニピュレーション技術を組み合わせれば、数～サブ μ mオーダの試料を作製することができる。この手法に関しては、特開平5-52721号公報(公知例1)に開示されている。

【0003】

公知例1では、試料基板51の表面に対しイオンビーム52が直角に照射するように基板51の姿勢を保ち、観察領域50近傍にイオンビーム52を矩形に走査させ、試料表面に所要の深さの角穴54を形成する(図1-a)。次に、イオンビーム52を矩形に走査させ、試料表面に溝55を形成する(図1-b)。

【0004】

次に、基板51の表面に対するイオンビーム52の軸が、約30°傾斜するように基板51を傾斜させ、斜め溝56を形成する。基板51の傾斜角の姿勢変更は、試料台によって行われる(図1-c)。メカニカルプローブ53の先端を、基板51の試料となる部分に接触させる(図1-d)。堆積性ガスノズル20から堆積性ガスを供給し、イオンビーム52をメカニカルプローブ53の先端部を含む領域に局所的に照射し、イオンビームアシストデポジション(以下、IBADと略す)膜57を形成する。接触状態にある基板51の分離部分である試料片58とメカニカルプローブ53の先端は、IBAD膜57で接続される(図1-e)。集束イオンビームで残りの部分を切り欠き加工し、基板51から分離試料片58を切り出す。切り出された分離試料片58は、接続されたメカニカルプローブ53で支持された状態になる(図1-f)。分離試料片58を所要の箇所、ここでは

TEM用ホルダ59に移動させる(図1-g)。分離試料片58とTEM用ホルダ59を含む領域にIBAD膜60を形成する(図1-h)。この分離試料片58の中の観察領域50を、イオンビーム52を用いて厚さ約100nmの薄膜61にする(図1-i)。薄膜61に電子線を透過させてTEM観察する。

【0005】

この例では、複数の分離試料を摘出する際のプローブの消耗によるプローブの再生方法や交換方法については明記されていない。実際には、集束イオンビームによるプローブ加工によりプローブを再生する、またはプローブを交換することで、集束イオンビームとマイクロマニピュレーションを組み合わせた1組の試料作製装置により複数の分離試料を摘出している。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

上で述べた集束イオンビームとマイクロマニピュレーション技術を組み合わせて、試料を作製する装置では、試料を貼り付け、切り離し、固定するプローブ操作を繰り返すたびにプローブを消耗するために、操作者は試料作製ごとにプローブの加工やプローブの交換を繰り返して行わなければならない。

従来の装置では、操作者は荷電粒子線装置による観察像を頼りにプローブを加工する、また試料室内からプローブを取り出し交換する。ここで、プローブ加工はプローブ制御装置と荷電粒子線装置を操作するため熟練を要する作業であった。

このような従来の装置では、次のような解決すべき問題があった。すなわち、操作者は目測で確認しながらピンセットなどでプローブをホルダに脱着して交換する。この際に、プローブ交換を失敗すると、操作者はプローブ先端を破損してしまった。また、プローブを交換せずに集束イオンビームの加工により再生できる回数は、せいぜい3～5回である。従って、多数の試料を摘出するためにはプローブ交換を頻繁に行わなければならなかった。

本発明の目的は、プローブ再生とプローブ交換の作業を排除することにより、試料作製スループットを向上させることにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成する手段として、以下のものを挙げる。

(1) 荷電粒子銃と、前記荷電粒子銃から放出する荷電粒子線を集束するレンズと、偏向器と、該荷電粒子線を試料に照射して該試料からの2次粒子を検出するための検出器と、該試料を保持する試料台と、該試料台の位置を制御する試料位置制御装置と、先端に微細線を接続されるべきメカニカルプローブと、先端及び根元を除いた中央部の任意の3点で、断面の平均面積が $1\text{ nm}^2 \sim 100\text{ }\mu\text{m}^2$ でかつ、該中央部の長さが該断面の最短径の20～300倍である該微細線を含むことを特徴とする試料作製装置とする。これにより、複数試料を作製する際のプローブ再生作業を排除し、同時にプローブ寿命を延長してプローブ交換作業を軽減し、同時に試料作製作業中の振動と帯電などのプローブへの影響を排除し、総合的に効率の良い試料作製装置を提供できる。

(2) 荷電粒子銃と、前記荷電粒子銃から放出する荷電粒子線を集束するレンズと、偏向器と、該荷電粒子線を試料に照射して該試料からの2次粒子を検出するための検出器と、該試料を保持する試料台と、該試料台の位置を制御する試料位置制御装置と、先端に微細線を有するメカニカルプローブと、先端及び根元を除いた中央部の任意の3点で、太さの平均値が $1 \sim 10\text{ }\mu\text{m}$ でかつ、該中央部の長さが $50 \sim 300\text{ }\mu\text{m}$ である該微細線を含むことを特徴とする試料作製装置とする。これにより、複数試料を作製する際のプローブ再生作業を排除し、同時にプローブ寿命を延長してプローブ交換作業を軽減し、同時に試料作製作業中の振動と帯電などのプローブへの影響を排除し、総合的に効率の良い試料作製装置を提供できる。

(3) 荷電粒子銃と、前記荷電粒子銃から放出する荷電粒子線を集束するレンズと、偏向器と、該荷電粒子線を試料に照射して該試料からの2次粒子を検出するための検出器と、該試料を保持する試料台と、該試料台の位置を制御する試料位置制御装置と、先端に微細線を有するメカニカルプローブと、先端及び根元を除いた中央部の任意の3点で、太さの平均値が $1\text{ nm} \sim 10\text{ }\mu\text{m}$ でかつ、該中央部の長さが該太さの20～300倍である該微細線を有することを特徴とする試料作製装置とする。これにより、複数試料を作製する際のプローブ再生作業を排除し、同時にプローブ寿命を延長してプローブ交換作業を軽減し、同時に試料作製

業中の振動と帯電などのプローブへの影響を排除し、総合的に効率の良い試料作製装置を提供できる。

(4) 上記試料作製装置において、該微細線の方法はタングステン、モリブデン、ベリリウム、ニッケル、タンタル、パラジウム、オスミウムから少なくとも 1 種類を有することを特徴とする試料作製装置とする。これにより、先端及び根元を除いた中央部の任意の 3 点で、太さの平均値が $1\ \mu\text{m}$ であつ、該中央部の長さが $300\ \mu\text{m}$ である該微細線は、試料作製に耐えるの強度を保つことができる。

(5) 荷電粒子銃と、前記荷電粒子銃から放出する荷電粒子線を集束するレンズと、偏向器と、該荷電粒子線を試料に照射して該試料からの 2 次粒子を検出するための検出器と、該試料を保持する試料台と、該試料台の位置を制御する試料位置制御装置と、微細線を先端に有するメカニカルプローブによって、

a. 該微細線の先端と試料 1 を接触する。

【0 0 0 8】

b. 該微細線の先端と該試料 1 を固定する。

【0 0 0 9】

c. 該微細線と共に該試料 1 を移動する。

【0 0 1 0】

d. 固定部分近傍の該微細線の根元側で切断して、該微細線と該試料 1 を分離する。

【0 0 1 1】

e. 切断後の該微細線の先端を試料 2 に接触する。

【0 0 1 2】

f. 該微細線の先端と該試料 2 を固定する。

【0 0 1 3】

g. 該微細線と共に該試料 2 を移動する。

【0 0 1 4】

h. 固定部分近傍の該微細線の付け根で切断して、該微細線と該試料 2 を分離する。

【0 0 1 5】

i. e～hのステップを繰り返す。

の手段により少なくとも10個以上の試料を摘出することを特徴とする試料作製方法とする。これにより、複数試料を効率良く摘出することができ、同時にプローブ寿命を延長してプローブ交換作業を軽減し、総合的に効率の良い試料作製方法を提供できる。

(6)上記(5)記載の試料作製方法において、少なくとも25個の試料を摘出することを特徴とする試料作製方法とする。これにより、複数試料を作製する際のプローブ再生作業を排除し、同時にプローブ寿命を延長してプローブ交換作業を軽減し、総合的に効率の良い試料作製方法を提供できる。

(7)上記(5)記載の試料作製方法において、少なくとも50個の試料を摘出することを特徴とする試料作製方法とする。これにより、複数試料を作製する際のプローブ再生作業を排除し、同時にプローブ寿命を延長してプローブ交換作業を軽減し、総合的に効率の良い試料作製方法を提供できる。

(8)上記(5)(6)(7)記載の試料作製方法において、該微細線の先端及び根元を除いた中央部の任意の3点で、断面の平均面積が $1\text{ nm}^2 \sim 100\text{ }\mu\text{ m}^2$ でかつ、該中央部の長さが該断面の最短径の20～300倍である該微細線を用いることを特徴とする試料作製方法とする。これにより、複数試料を作製する際のプローブ再生作業を排除し、プローブ寿命を延長してプローブ交換作業を軽減し、同時に試料作製作業中の振動と帯電などのプローブへの影響を排除し、総合的に効率の良い試料作製方法を提供できる。

(9)上記(5)(6)(7)記載の試料作製方法において、該微細線の先端及び根元を除いた中央部の任意の3点で、太さの平均値が $1 \sim 10\text{ }\mu\text{ m}$ でかつ、中央部の長さが $50 \sim 300\text{ }\mu\text{ m}$ である該微細線を用いることを特徴とする試料作製方法とする。これにより、複数試料を作製する際のプローブ再生作業を排除し、プローブ寿命を延長してプローブ交換作業を軽減し、同時に試料作製作業中の振動と帯電などのプローブへの影響を排除し、総合的に効率の良い試料作製方法を提供できる。

(10)上記(5)(6)(7)記載の試料作製方法において、該微細線の先端及び根元を除いた中央部の任意の3点で、太さの平均値が $1\text{ nm} \sim 10\text{ }\mu\text{ m}$ でかつ、該中央

部の長さが該太さの20～300倍である該微細線を用いることを特徴とする試料作製方法とする。これにより、複数試料を作製する際のプローブ再生作業を排除し、プローブ寿命を延長してプローブ交換作業を軽減し、同時に試料作製作業中の振動と帯電などのプローブへの影響を排除し、総合的に効率の良い試料作製方法を提供できる。

【0016】

本発明は、荷電粒子線装置による試料作製で微細線を先端に形成したメカニカルプローブにより、試料摘出時のプローブ再生作業を排除して、プローブ寿命を延長して300個の試料作製にプローブ交換を1～30回に削減することにより、総合的に試料作製のスループットを向上させる。

【0017】

【発明の実施の形態】

<実施例1>

図2は、本発明の実施形態の1例である微細線を先端に形成したプローブを示す。従来のプローブを図1(a)に、本発明のプローブを図1(b)に示す。従来のプローブ53は、電解研磨によりタングステン線に鋭利な先端を成形したものである。本実施例のプローブは、タングステン線102の先端に微細線103を有する。微細線103の太さは2 μ m、長さは40 μ mである。一方、タングステン線102の太さは50 μ mである。

【0018】

図3は、本発明の実施形態の1例である試料作製装置の基本構成を示す。本発明の荷電粒子線装置は、イオン源1から引き出し電極2によりイオンビームを引き出し、コンデンサレンズ3によりイオンビームを集束した後、ビーム制限アパーチャー4によりイオンビームを絞り、対物レンズ6により試料8の表面にイオンビームを集束する荷電粒子線装置と、試料を載置する可動の試料台7と、2次粒子検出器9と偏向器5と制御装置10と堆積性ガスノズル20とメカニカルプローブ21により構成される。

【0019】

図4は、微細線103のメカニカルプローブ21への固定方法を示す。メカニ

カルプローブ 21 にプラグ 101 を固定し、プラグ 101 の先端にタングステン線 102 を固定し、タングステン線 102 の先端に微細線 103 を有する。タングステン線 102 は試料 8 の表面に対し傾斜させてメカニカルプローブ 21 に固定されている。これにより、微細線 103 の先端は、メカニカルプローブ 21 とプラグ 101 とタングステン線 102 の干渉を受けずに試料表面に接触できる。

【0020】

本実施例での試料作製方法を図 5 に示し、フローに沿って以下に述べる。

【0021】

この実施例では、試料基板 51 の表面に対しイオンビーム 52 が直角に照射するように基板 51 の姿勢を保ち、観察領域 50 近傍にイオンビーム 52 を矩形に走査させ、試料表面に所要の深さの角穴 54 を形成する(図 5-a)。次に、イオンビーム 52 を矩形に走査させ、試料表面に溝 55 を形成する(図 5-b)。

【0022】

次に、基板 51 の表面に対するイオンビーム 52 の軸が、約 30° 傾斜するように基板 51 を傾斜させ、斜め溝 56 を形成する。基板 51 の傾斜角の姿勢変更は、試料台によって行われる(図 5-c)。微細線 103 の先端を、基板 51 の試料となる部分に接触させる(図 5-d)。堆積性ガスノズル 20 から堆積性ガスを供給し、イオンビーム 52 を微細線 103 の先端部を含む領域に局所的に照射し、IBAD 膜 57 を形成する。接触状態にある基板 51 の分離部分である試料片 58 と微細線 103 の先端は、IBAD 膜 57 で接続される(図 5-e)。集束イオンビームで残りの部分を切り欠き加工し、基板 51 から分離試料片 58 を切り出す。切り出された分離試料片 58 は、接続された微細線 103 で支持された状態になる(図 5-f)。分離試料片 58 を所要の箇所、ここでは TEM 用ホルダ 59 に移動させる(図 5-g)。分離試料片 58 と TEM 用ホルダ 59 を含む領域に IBAD 膜 60 を形成する(図 1-h)。微細線 103 を先端から約 $2\ \mu\text{m}$ で切断して微細線 103 と分離試料片 58 を分離する(図 1-i)。さらに、分離試料片 58 の中の観察領域 50 を、イオンビーム 52 を用いて厚さ約 $100\ \text{nm}$ の薄膜 61 にして、薄膜 61 に電子線を透過させて TEM 観察する。再度、図 5-a から図 5-c の工程により分離試料片 58 を作製して、さきほど分離した微細線 103

の先端を、基板 51 の試料となる部分に接触させる(図 5-d)。

さらに、図 5-e から図 5-i の工程により分離試料片 58 を TEM 用ホルダ 59 に搬送する。図 5-a から図 5-i の工程を繰り返すことにより、微細線 103 は加工・交換することなく 10 個の分離試料片 58 を TEM 用ホルダ 59 に搬送することが可能であった。

<実施例 2>

図 3 に示す本発明の実施形態の 1 例である試料作製装置を用いて、半導体ウェハの評価・解析を行った。一般に、半導体製造工程ではウェハを約 25 枚まとめて製造している。図 2 に示す微細線 103 は、直径 $2\mu\text{m}$ 長さ $50\mu\text{m}$ に変更した。この微細線 103 を用いて、25 枚のウェハからそれぞれ 1 個の分離試料片 58 を摘出した。これらの分離試料片 58 を分析することにより、25 枚のウェハ間の比較をすることができた。微細線 103 を加工・交換することなく、これらの分離試料片 58 を摘出可能としたことで試料作製のスループットが向上した。

<実施例 3>

実施例 2 と同様に図 3 に示す本発明の実施形態の 1 例である試料作製装置を用いて、半導体ウェハの評価・解析を行った。図 2 に示す微細線 103 は、直径 $2\mu\text{m}$ 長さ $100\mu\text{m}$ に変更した。この微細線 103 を用いて、25 枚のウェハからそれぞれ 2 箇所から分離試料片 58 を摘出した。それぞれのウェハから摘出した 2 個の分離試料片 58 を分析することにより、ウェハ面内の均一性評価を 25 枚のウェハ間で比較することができた。微細線 103 を加工・交換することなく、これらの分離試料片 58 を摘出可能としたことで試料作製のスループットが向上した。

<実施例 4>

図 6 は、本発明の実施形態の 1 例である微細線 103 を先端に形成したプローブに分離試料片 58 を固定する方法を示す。分離試料片 58 は、一般的な大きさとして、厚さ 62 が約 $4\mu\text{m}$ 、高さ 63 が約 $20\mu\text{m}$ 、幅が約 $30\mu\text{m}$ である。従来のプローブ 53 は、鋭利な先端で分離試料片 58 を IBA D 膜 57 に固定していた。今回、微細線 103 の断面積を $20\mu\text{m}^2$ 以下にすると、例えば $4\mu\text{m}$

$5\mu\text{m}$ の長方形断面の微細線103は、分離試料片58をIBAD膜57で固定することがおおむね良好に可能である。しかし、断面積が $20\mu\text{m}^2$ を超える場合、例えば $5\mu\text{m} \times 5\mu\text{m}$ の長方形断面の微細線103で、微細線103の幅は分離試料片の厚さよりも大きく、分離試料片58のIBAD膜57による固定が困難になる。また、 $3\mu\text{m} \times 7\mu\text{m}$ の長方形断面の微細線103は、微細線103の幅は分離試料片の厚さよりも小さいが、接触底面からの高さが $7\mu\text{m}$ もあるためにIBAD膜57による固定が困難になる。したがって、一般的な大きさの分離試料片58を微細線に固定するためには、その断面積を $20\mu\text{m}^2$ 以下にすることが望ましい。

【0023】

図7は、本発明の実施形態の1例である微細線103を先端に形成したプローブの再生方法を示す。従来のプローブ53は、分離試料片58の搬送を繰り返すと鋭利な先端が失われるために、プローブ53を交換するか、イオンビーム52で加工した再生部分62を分離試料片58にIBAD膜57で固定していた。しかし、本発明の微細線103を先端に有するプローブは、1個の試料摘出で直径の約2倍の長さ短くなるだけで分離試料片58の搬送を繰り返すことができる。したがって、微細線103が無くなるまでに分離試料片58の搬送を約50回繰り返すことができる。タングステン線102と微細線103の接合部分を滑らかな三角錐にすると、分離試料片58の搬送により極端に短くなった微細線103の先端が試料8へ接触可能となり、微細線103の根元まで分離試料片58の搬送に使用できるようになった。

<実施例5>

図8は、従来のプローブ53での共鳴振動105の様子を示す。

【0024】

プラグ101の干渉によりプローブ53の先端が試料8に接触可能とするために、実施例1に示したプローブ53は、長さ約3mmである。プラグ101の先端に固定したプローブ53は、プラグ101の振動に共鳴する周波数(以下、共鳴振動数)では大きく振動する。図9は、共鳴振動数のプローブ53の直径依存性である。共鳴振動数が小さいと、容易にプローブ53は外乱の影響を受け振動

するために使用することができない。実用化されているプローブ 5 3 の直径は、作製と強度の制約により $50 \sim 150 \mu\text{m}$ である。従って、従来のプローブ 5 3 の共鳴振動数は 1 kHz 以上である。

【 0 0 2 5 】

図 1 0 は、本発明の実施形態の 1 例である微細線 1 0 3 を先端に形成したプローブでの共鳴振動 1 0 6 の様子を示す。プラグ 1 0 1 に固定したタンゲステン線 1 0 2 の先端に形成された微細線 1 0 3 は、プラグ 1 0 1 の振動により共鳴振動数では大きく振動する。図 9 は共鳴振動数の微細線 1 0 3 の長さ依存性である。本実施例での微細線 1 0 3 の直径は $1 \mu\text{m}$ である。微細線 1 0 3 の長さを短くするほど、共鳴振動数は増加している。共鳴振動数が 1 kHz 以上になるには、微細線 1 0 3 の長さが約 $300 \mu\text{m}$ 以下である必要がある。従って、従来のプローブ 5 3 と同等以上の共鳴振動数を得るためには、直径が $1 \mu\text{m}$ の場合、微細線 1 0 3 の長さは直径の 300 倍以下にする必要がある。また、微細線 1 0 3 の直径が $2 \mu\text{m}$ では、約 $500 \mu\text{m}$ 以下、 $3 \mu\text{m}$ では約 $600 \mu\text{m}$ 以下、 $4 \mu\text{m}$ では約 $700 \mu\text{m}$ 以下の長さにする必要がある。

<実施例 6>

図 1 2 は、従来のプローブ 5 3 での曲げ応力の様子を示す。実施例 1 で示したように、プローブ 5 3 の長さは約 3 mm である。プラグ 1 0 1 の先端に固定したプローブ 5 3 の先端に力 1 0 7 を加えると曲がる。力 1 0 7 はプローブ 1 0 7 の曲げ応力に釣り合っている。図 1 3 は、プローブ 5 3 の先端を横に $1 \mu\text{m}$ 曲げたときの曲げ応力の直径依存性である。実用化されているプローブ 5 3 の直径は作製と強度の制約により $50 \sim 150 \mu\text{m}$ であるので、プローブ 5 3 の曲げ応力は 10^{-6} N 以上である。試料作製のときにプローブ 5 3 にかかる力 1 0 7 は、分離試料片 5 8 の重さと絶縁物試料で発生する帯電などによる電場の力の 2 種類ある。分離試料片 5 8 の重さは 10^{-8} g 以下であり、プローブ 5 3 にかかる力 1 0 7 は 10^{-10} N 以下である。従って、プローブ 5 3 への分離試料片 5 8 の重さの影響は無い。プローブ 5 3 の曲げ応力 10^{-6} N は、試料作製中の帯電などの電場の力により曲げられないための安全強度である。一方、曲げ応力 10^{-8} N 以上になる直径 $20 \mu\text{m}$ 以下のプローブ 5 3 は、試料作製中の帯電により振動

などを起こすために試料の摘出をすることができない場合があった。

【0026】

図14は、本発明の実施形態の1例である微細線103を先端に形成したプローブでの曲げ応力の様子を示す。プラグ101に固定したタングステン線102の先端に形成された微細線103は、先端に力108を加えると曲がる。力108は微細線103の曲げ応力に釣り合っている。図15は、先端を横に1 μ m曲げたときの曲げ応力の微細線103の長さ依存性である。直径4 μ mの微細線103の曲げ応力が 10^{-6} N以上になるには、微細線103の長さを100 μ m以下にする必要がある。従って、帯電などが発生する絶縁物試料から分離試料片58を摘出するためには、直径4 μ mの場合に微細線103の長さを25倍以下にすれば安全である。また、安全強度以下から曲げ応力 10^{-7} N以上の直径2 μ m長さ100 μ mの微細線を用いることによって、絶縁物などの試料作製中の帯電で曲げられずに約50個の試料を摘出することができることも判った。

<実施例7>

実施例4に示す曲げ応力の微細線の長さ依存性(図15)とほぼ等しい性質をもつ微細線の材料としては、タングステン以外にモリブデンとベリリウムとニッケルとタンタルがある。これらの少なくとも1種類を含む材料で構成される微細線103は、直径2 μ m長さ100 μ mのときに、曲げ応力が約 10^{-7} Nになり、絶縁物などの試料作製中の帯電で曲げられずに約50個の試料を摘出できた。

<実施例8>

パラジウムとオスミウムの少なくとも1種類を含む材料で構成される微細線103は、直径2 μ m長さ50 μ mのときに、曲げ応力が約 10^{-7} Nになり、絶縁物などの試料作製中の帯電で曲げられずに約25個の試料を摘出できた。

【0027】

【発明の効果】

本発明は、微細線を先端に形成したメカニカルプローブを試料作製に用いることで、プローブの寿命を試料作製可能回数にして10回以上に向上し、かつ試料摘出時のプローブ再生作業を排除して試料作製時間を約10分短縮すると同時に、試料作製の信頼性がプローブ再生排除とプローブ交換回数の減少分向上する。

【図面の簡単な説明】**【図 1】**

公知例 1 の試料作製方法。

【図 2】

本発明の実施形態の 1 例である微細線を先端に形成したプローブ。

【図 3】

本発明の実施形態の 1 例である試料作製装置の基本構成。

【図 4】

微細線のメカニカルプローブへの固定方法。

【図 5】

本発明の実施形態の 1 例である試料作製方法。

【図 6】

微細線を先端に形成したプローブの分離試料片固定方法。

【図 7】

微細線を先端に形成したプローブの再生方法。

【図 8】

従来プローブでの共鳴振動の様子を示す図。

【図 9】

共鳴振動数の従来プローブの直径依存性。

【図 1 0】

微細線を先端に形成したプローブの共鳴振動の様子を示す図。

【図 1 1】

共鳴振動数の微細線の長さ依存性。

【図 1 2】

従来プローブでの曲げ応力の様子を示す図。

【図 1 3】

横方向 1 μ m 曲げに対する曲げ応力の従来プローブ直径依存性。

【図 1 4】

微細線を先端に形成したプローブの曲げ応力の様子を示す図。

【図 1 5】

横方向 $1\ \mu\text{m}$ 曲げに対する曲げ応力の微細線長さ依存性。

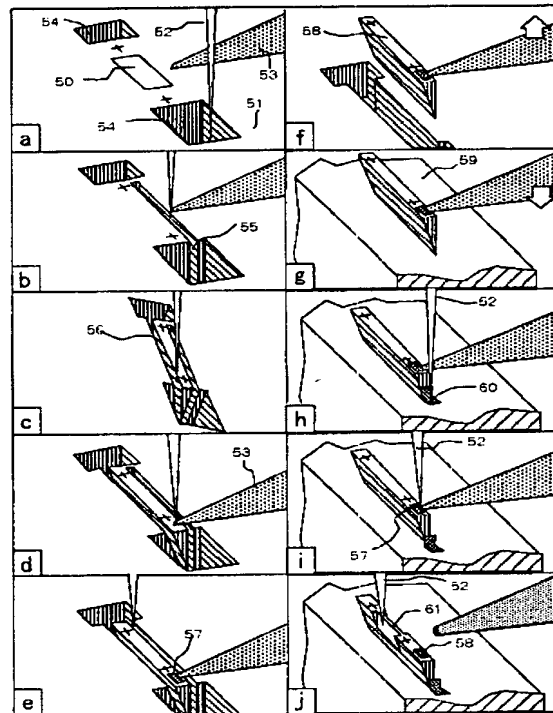
【符号の説明】

1…イオン源、2…引き出し電極、3…コンデンサレンズ、4…ビーム制限絞り、5…偏向器、6…対物レンズ、7…試料位置制御装置、8…試料、9…2次粒子検出器、10…制御装置、11…イオンビーム、20…ノズル、21…メカニカルプローブ、31…等電位線、50…観察領域、51…基板、52…イオンビーム、53…プローブ、54…角穴、55…溝、56…IBAD膜、57…IBAD膜、58…分離試料片、59…TEM用ホルダ、60…IBAD膜、61…薄膜、62…厚さ、63…高さ、64…幅、71…再生部分、102…タングステン線、103…微細線、105…共鳴振動、106…共鳴振動、107…力、108…力。

【書類名】 図面

【図 1】

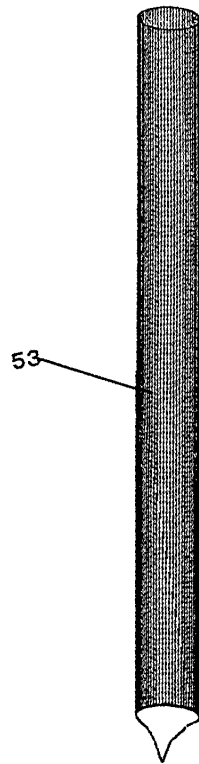
図 1



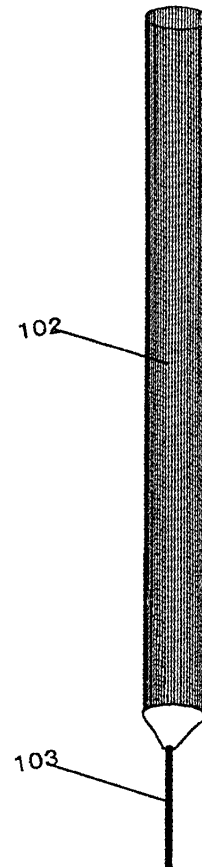
特願2003-006505

【図2】

図2



(a)

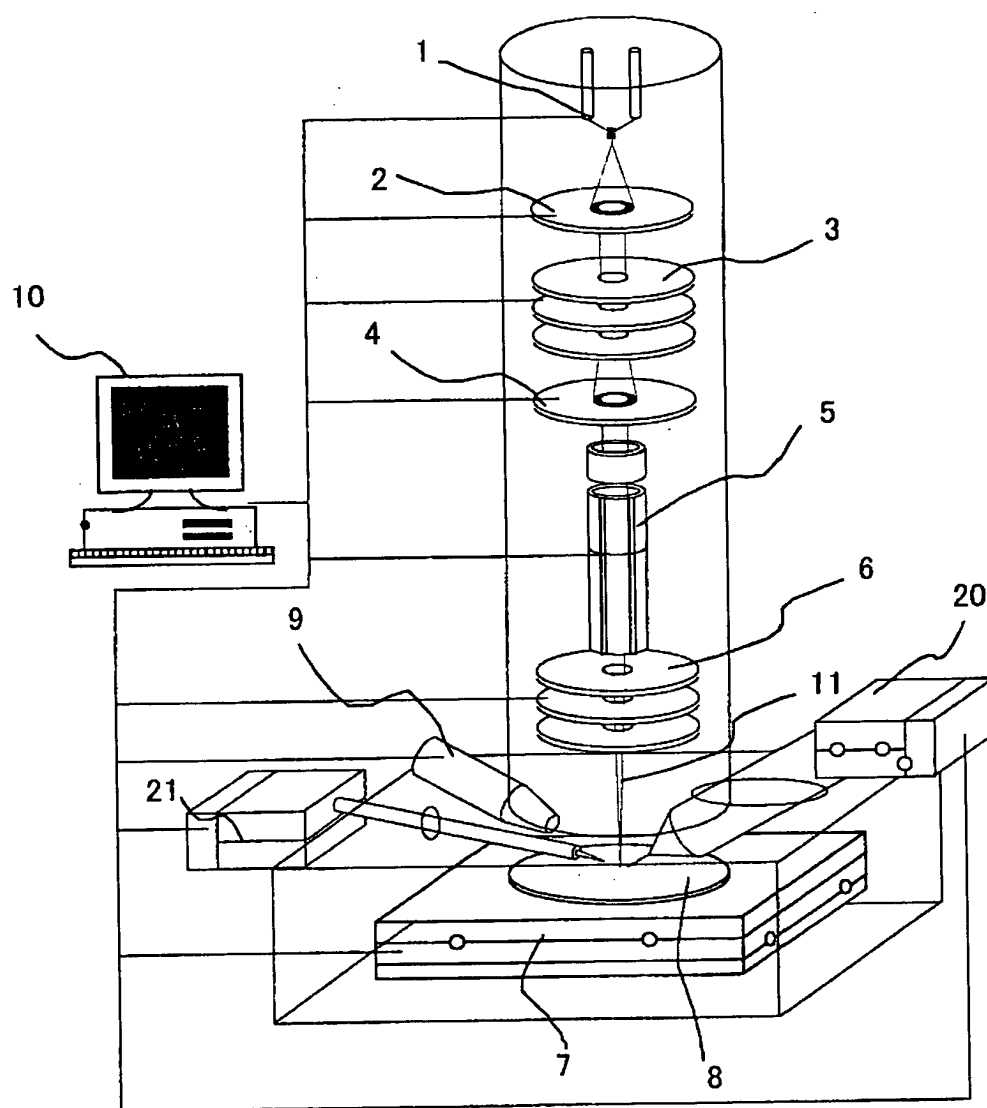


(b)

出証特2003-3074682

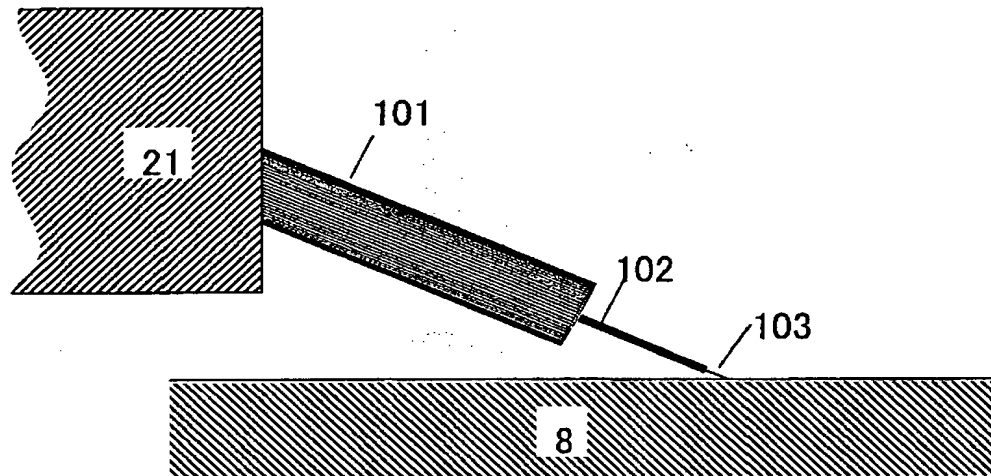
【図 3】

図 3



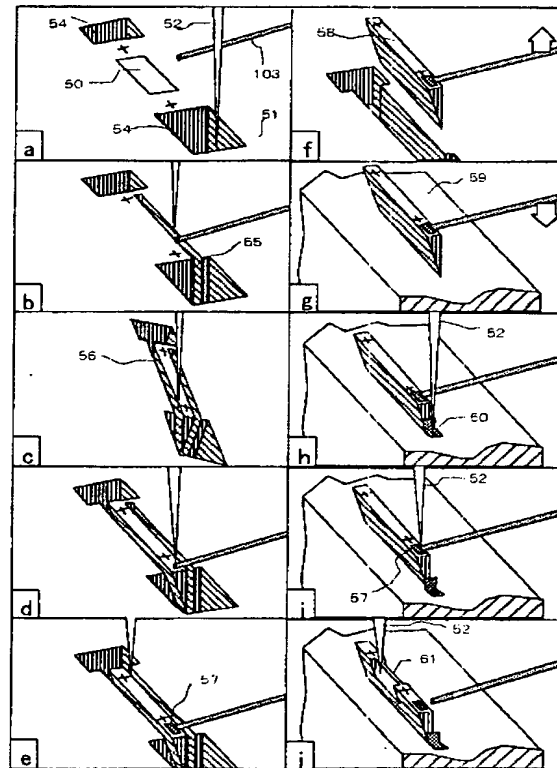
【図 4】

図 4



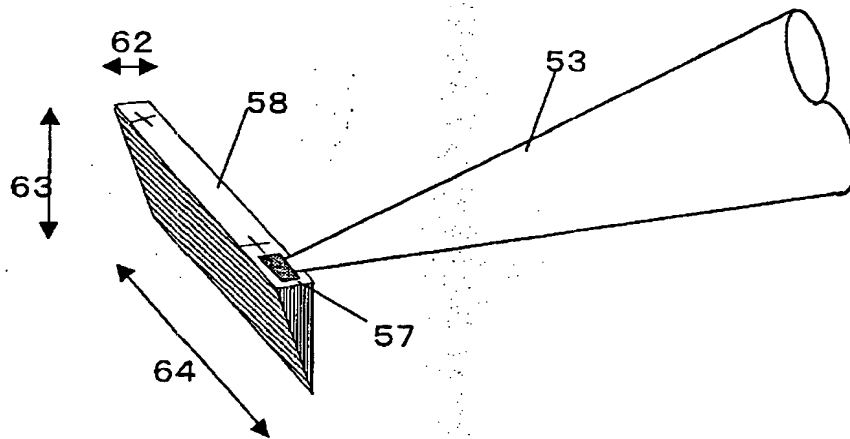
【図 5】

図5

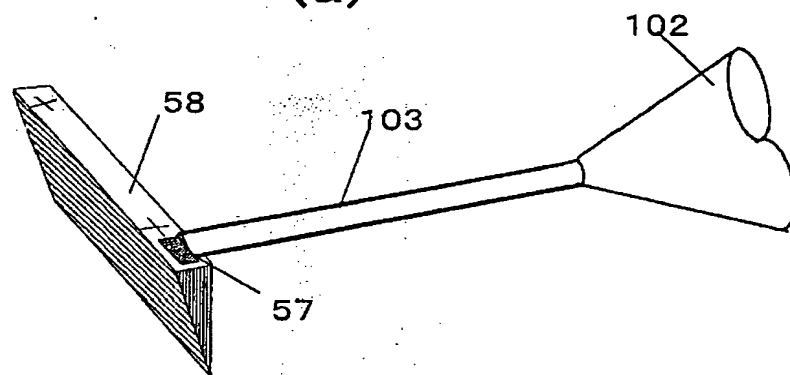


【図 6】

図 6



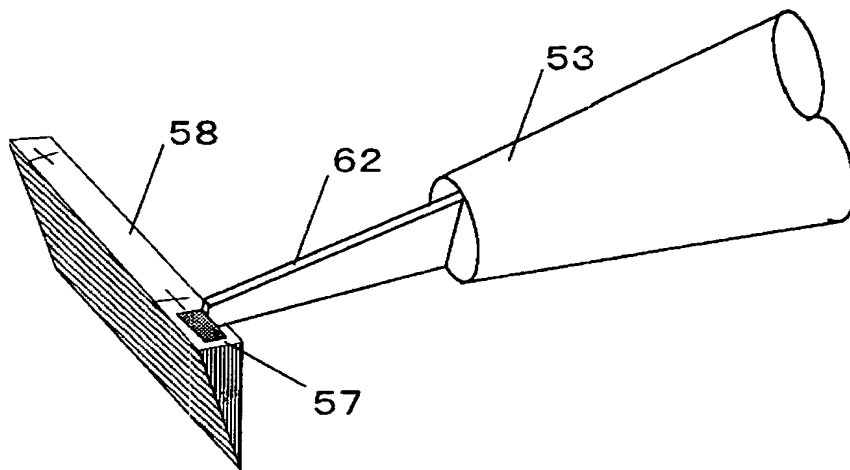
(a)



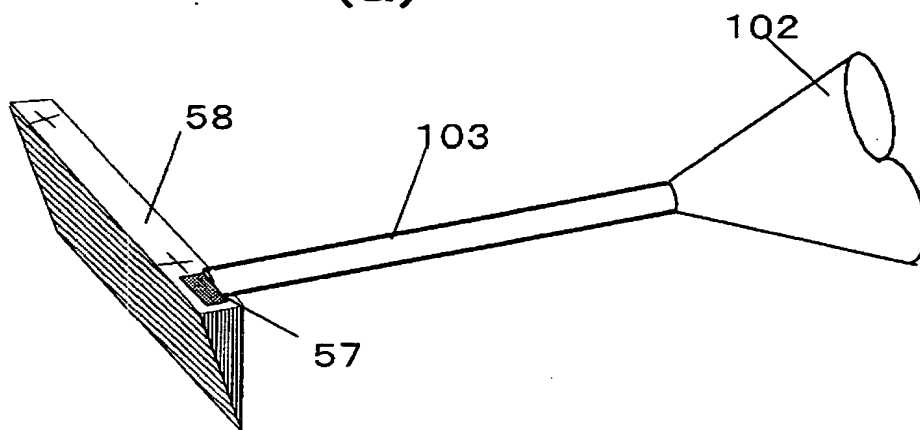
(b)

【図 7】

図 7

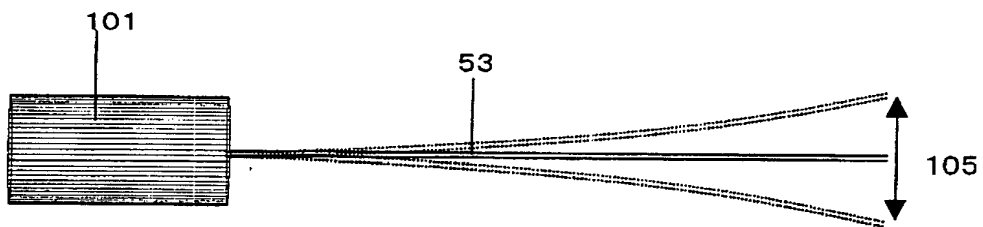


(a)



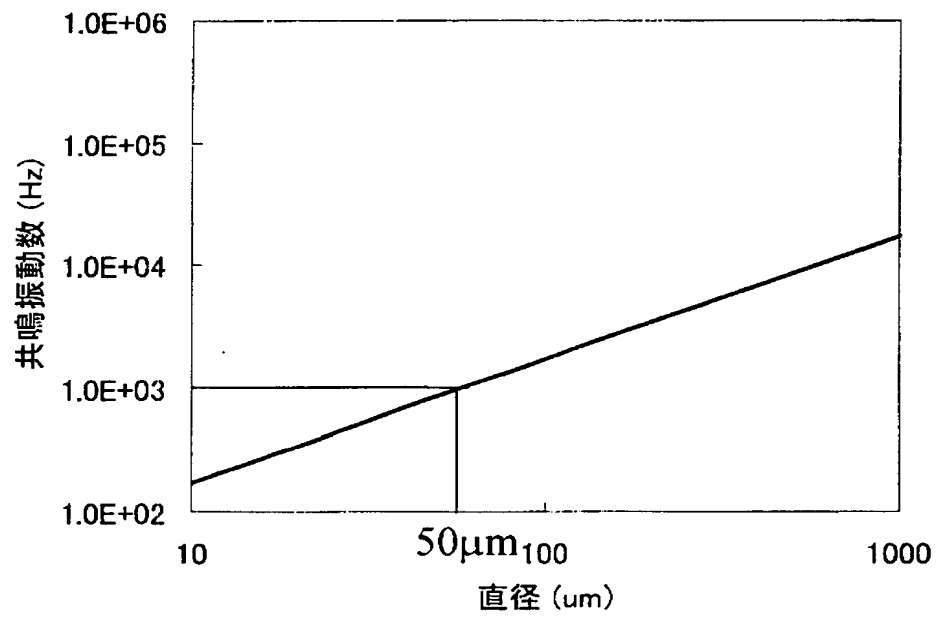
【図 8】

図 8



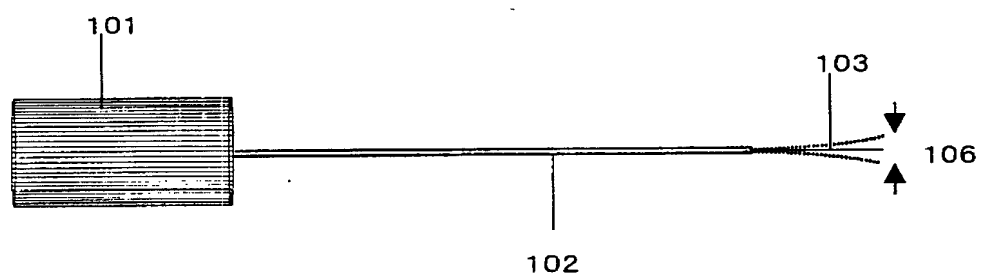
【図 9】

図 9



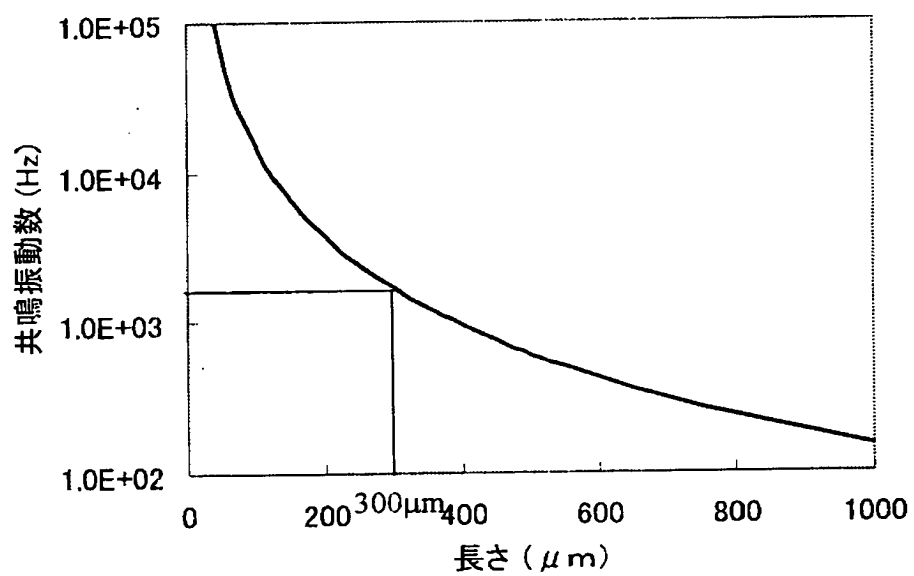
【図 10】

図 10



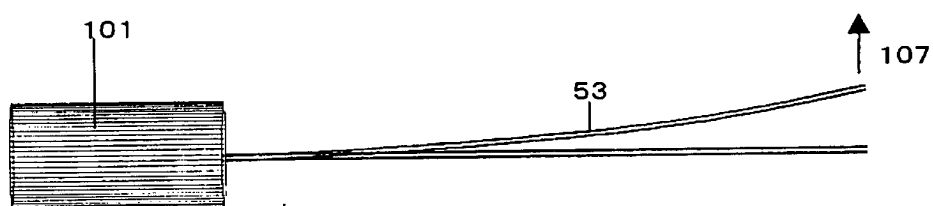
【図 11】

図 11



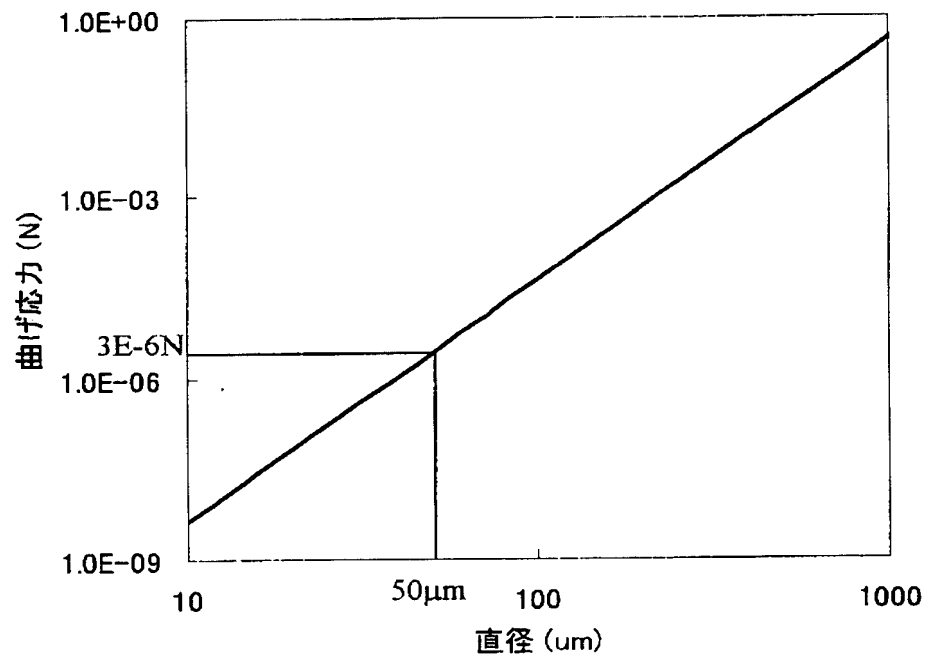
【図 12】

図12



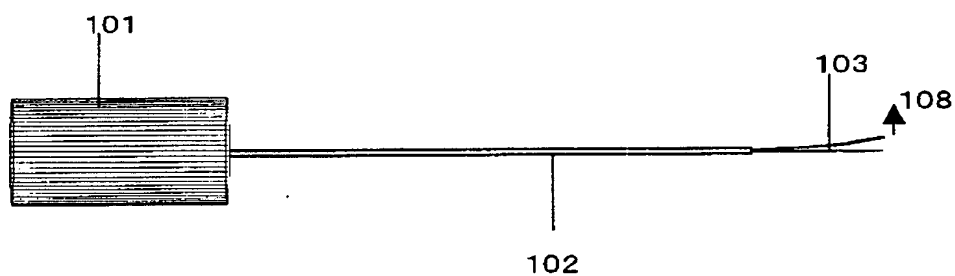
【図 13】

図 13



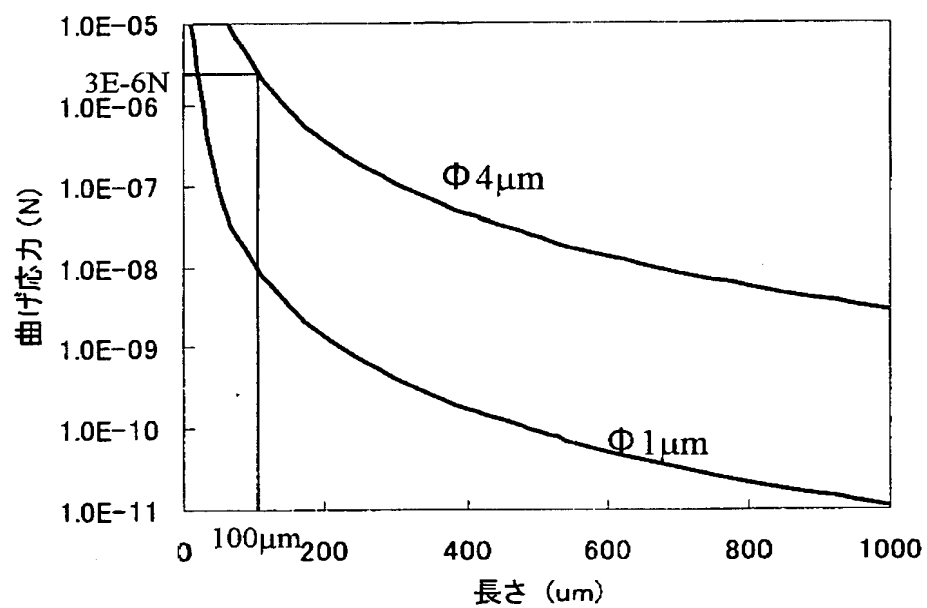
【図 14】

図 14



【図 15】

図 15



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 集束イオンビームとマイクロマニピュレーション技術を組み合わせて、試料を作製する装置では、試料を貼り付け、切り離し、固定するプローブ操作を繰り返すたびにプローブを消耗するために、操作者は試料作製ごとにプローブの加工やプローブの交換を繰り返して行わなければならない。

【解決手段】 微細線を先端に形成したメカニカルプローブを試料作製に用いることで、プローブの寿命を試料作製可能回数にして従来 3 ～ 5 回を 1 0 ～ 3 0 0 回に向上する。

【選択図】 図 6

認 定 ・ 付 加 情 報

特許出願の番号	特願 2 0 0 3 - 0 0 6 5 0 5
受付番号	5 0 3 0 0 0 4 9 0 1 2
書類名	特許願
担当官	鈴木 夏生 6 8 9 0
作成日	平成 1 5 年 2 月 2 1 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】	平成15年 1月15日
-------	-------------

次頁無

特願 2 0 0 3 - 0 0 6 5 0 5

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[5 0 1 3 8 7 8 3 9]

1 . 変更年月日

2 0 0 1 年 1 0 月 3 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都港区西新橋一丁目 2 4 番 1 4 号

氏 名

株式会社日立ハイテクノロジーズ